

travaux pratique en synthèse organique

Octobre 2023
Master 1 Chimie organique



Dr. ZERROUKI Sara
maître assistante classe B
faculté des sciences
département de chimie
Université Mohamed BOUDIAF M'sila
sara.zerrouki@univ-M'sila.dz

Table des matières



Objectifs	3
I - TP 1: synthèse de l'acide benzoïque	4
1. objectifs	4
2. Partie théorique	4
3. Protocole expérimental	6
3.1. <i>Chauffage à reflux</i>	6
3.2. <i>Cristallisation</i>	6
3.3. <i>Filtration</i>	7
3.4. <i>Recristallisation</i>	7

Objectifs



L'objectif de la synthèse organique est :

- connaissance des concepts théoriques appris en classe dans un contexte concret. Pour une meilleure compréhension des principes fondamentaux
- comprendre les mécanismes de réaction et de manipuler les conditions expérimentales pour obtenir le produit souhaité de manière efficace et pure.
- Application des compétences en planification expérimentale.
- analyse et interprétation des résultats obtenus après la synthèse des produits.

Ce cours commence par une introduction générale suivie de deux chapitres répartis comme suit: le premier chapitre présente la synthèse de l'acide benzoïque, et le deuxième chapitre concerne les étapes de synthèse d'une coumarine (7-hydroxy-4-méthyl coumarine).

TP 1: synthèse de l'acide benzoïque



I

1. objectifs

Les objectifs clés de ce tp :

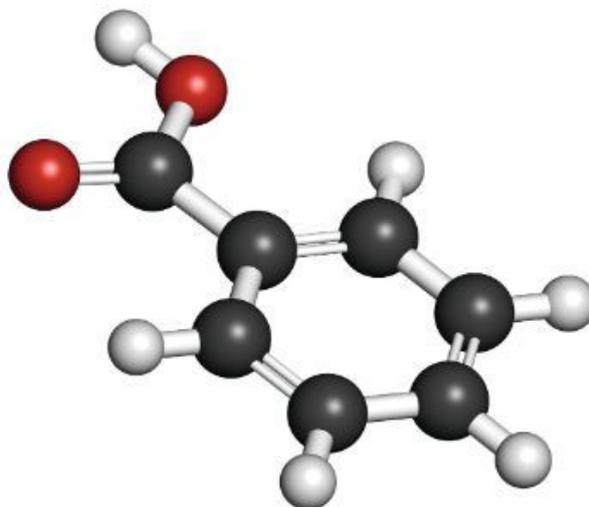
- est d'enseigner aux étudiants les bonnes pratiques de sécurité en laboratoire, notamment la manipulation sécurisée des réactifs et des produits chimiques potentiellement dangereux,
- synthèse de l'acide benzoïque ce qui permet aux étudiants mettent en pratique diverses techniques de laboratoire telles que la manipulation de verrerie, la filtration, la cristallisation, la distillation,
- permet de caractériser et d'analyser le produit obtenu pour confirmer son identité en utilisant des techniques telles que la spectroscopie infrarouge (IR), la spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (RMN), la chromatographie, etc.
- les étudiants doivent être capables d'interpréter les résultats et de tirer des conclusions sur la réussite de la synthèse, les rendements obtenus, les éventuels sous-produits formés,

2. Partie théorique

Définition

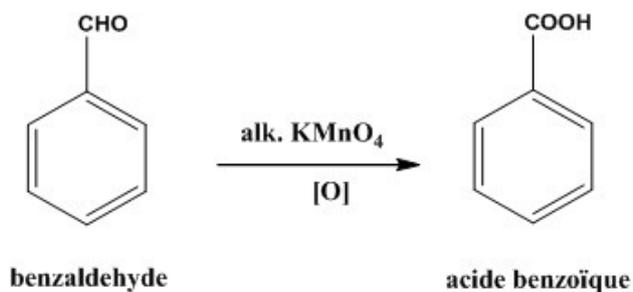
l'acide benzoïque est un acide carboxylique aromatique dérivé du benzène. Il est présent naturellement dans certaines plantes. Dans l'industrie alimentaire, il sert de conservateur pour inhiber la croissance de champignons et de bactéries. Sous forme de sel, le benzoate de sodium, il est souvent utilisé comme additif alimentaire sous le code E211.

En pharmacologie, il est employé comme excipient dans la formulation de médicaments. Dans l'industrie cosmétique, on le trouve dans de nombreux produits de soins de la peau en raison de ses propriétés antifongiques et antibactériennes.



Il est fabriqué industriellement par oxydation, à chaud et sous pression, du toluène ($C_6H_5-CH_3$) par le dioxygène de l'air. Sa synthèse au laboratoire est seulement pratiquée à titre d'exercices pédagogiques.

- L'oxydation du toluène, de l'alcool benzylique ou du benzaldéhyde par le permanganate de potassium (couple à considérer pour l'ion permanganate : MnO_4^- / MnO_2).

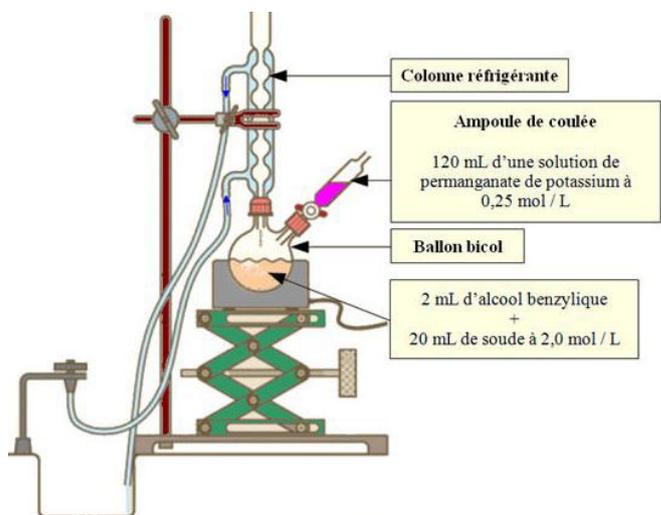


oxydation du benzaldéhyde en acide benzoïque

3. Protocole expérimental

3.1. Chauffage à reflux

- Dans un **ballon-bicol de 250 ml**, introduire **9.5 ml de benzaldéhyde** et une solution de **10 g de carbonate de sodium** dans 50 ml d'eau distillé.
- Adapter un **réfrigérant ascendant** puis relever le chauffe-ballon avec le pied élévateur jusqu'à ce qu'il soit en contact avec le ballon.
- Mettre la circulation d'eau et le chauffage en marche, maintenir une ébullition douce et régulière pendant **15 minutes** environ.
- Entre temps, dissoudre **7,5 g de permanganate de potassium** dans **100 ml d'eau** distillé.
- **Après les 15 min**, ajouter dans le ballon la solution de permanganate ($K^+ + MnO_4^-$) lentement à l'aide d'une ampoule d'addition.
- Maintenir une ébullition douce et régulière pendant 20 minutes environ.
- Éteindre le chauffage puis laissé le mélange réactionnel refroidisse à l'air libre.



montage à reflux

Cf. "principe de montage à reflux"

3.2. Cristallisation

En milieu acide, les ions benzoate se transforment en acide benzoïque.

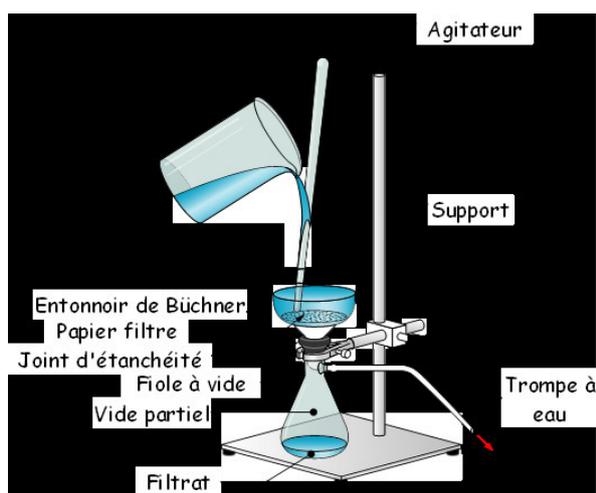
- Afin de faciliter la récupération des cristaux, verser le filtrat dans un bécher.
- Placer ce bécher contenant le filtrat dans un cristallisateur rempli d'un mélange réfrigérant (1/3 de sel et 2/3 de glaçons).
- Ajouter lentement et avec précaution environ 30 mL d'une solution concentrée d'acide chlorhydrique 2 mol/L jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de nouveaux cristaux.



3.3. Filtration

Filtrer sur Buchner le mélange refroidi.

- Si le filtrat n'est pas limpide, rajouter quelques gouttes d'éthanol.
- Pour diminuer les pertes, rincer le ballon avec 40 mL d'hydroxyde de sodium.
- Récupérer le filtrat dans un erlenmeyer.
- Filtrer sur Büchner et rincer les cristaux obtenus à l'eau distillée glacée.
- Placer la boîte de pétri dans l'étuve du laboratoire jusqu'à ce que les cristaux soient parfaitement secs.



montage de filtration

3.4. Recristallisation

Définition

Une recristallisation consiste à solubiliser à chaud (la solubilité d'un solide augmente généralement avec la température) un composé solide impur dans un minimum de solvant dans lequel le solide pur est insoluble à froid. En refroidissant, le solide cristallise, débarrassé d'une grande partie de ses impuretés qui restent en solution. Un essorage final permet enfin d'éliminer le solvant et d'isoler le produit purifié.

Méthode

- Dissoudre à chaud les cristaux obtenus dans 100-150 ml d'eau distillée en chauffant avec précaution.

- Laisser refroidir d'abord à l'air libre puis dans un bain d'eau glacée. De belles aiguilles apparaissent, l'acide benzoïque purifié cristallise lentement.
- Après filtration et lavage du précipité à l'eau glacée, on l'essor.

Cf. "principe de la recristallisation"